SNI 06-0041-1987

Standar Nasional Indonesia

Zat air (hydrogen) , Mutu dan cara uji

ICS 71.100.20

Badan Standardisasi Nasional

ZAT AIR (HYDROGEN)

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, klasifikasi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan, dan syarat penandaan zat cair.

2. DEFINISI

Gas zat air (hydrogen) adalah gas yang tidak berwarna, tak berbau dengan rumus kimia H_2.

3. KLASIFIKASI

Gas zat air (hydrogen) diklasfikasikan dalam 2 jenis mutu, yaitu:

- Jenis I : gas zat air mutu untuk industri.
- Jenis II : gas zat air mutu untuk makanan.

4. SYARAT MUTU

Masing-masing jenis zat air (hydrogen) komposisi serta kandungan gas lainnya harus memenuhi syarat-syarat tersebut dalam Tabel di bawah ini:

No	Unsur:	Jenis I mutu untuk industri	Jenis II mutu untuk makanan
1.	Kadar hydrogen	99,7 % (d.b)	99,7% (d.b)
2.	Kadar air	maks. 200 vpm	maks. 200 vpm.
3.	Kadar oksigen	maks. 0,1 volume	0,1 %
4.	Kadar CO_2	maks. 25 vpm.	–
5.	Kadar CO	maks. 10 vpm.	–
6.	Kadar N_2	maks. 0,1 % volume.	0,1 % volume
7.	Mercury	maks. 0,5 mg/m^3	(tak ternyata)

5. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Contoh harus diambil secara acak dari kelompok yang dinilai. Cara pengambil contoh harus memenuhi syarat-syarat yang ditentukan dalam standar ini.

Jumlah contoh yang harus diambil serta maksimum kegagalan contoh untuk meluluskan kelompok harus memenuhi syarat-syarat dalam Tabel pengambilan contoh dan syarat pelulusan.

Setiap contoh dari setiap botol hasil dari pengambilan contoh harus diuji secara terpisah.

Apabila di dalam penilaiannya kelompok botol yang dinilai tidak memenuhi syarat pelulusan maka pengambilan contoh dan penilaiannya dapat diulang kembali dengan persyaratan-persyaratan yang sama.

Tabel
Pengambilan Contoh dan Syarat Pelulusan

Kelompok (lot) botol (N).	Contoh (Min) yang diambil dari N botol (n)	Maksimum kegagalan contoh untuk meluluskan kelompok.
3 - 8	3	0
9 - 25	3	0
16 - 25	3	0
26 - 40	3	0
41 - 65	4	1
66 - 110	5	2
111 - 180	7	2
181 - 300	10	4
301 - 500	15	7
di atas 500	20	8

Botol pengemas zat air harus memenuhi syarat dalam undang-undang dan peraturan keselamatan kerja yang telah diatur oleh Departemen Tenaga Kerja Transmigrasi.

Pada setiap botol pengemas zat air (hidrogen) yang diperdagangkan harus dicantumkan nama atau merk produsen, jenis dan mutu zat air yang diisikan, tekanan dan volume atau berat isinya.

Disamping itu penandaan gas-gas industri harus memenuhi syarat-syarat dalam UU dan peraturan keselamatan kerja yang telah diatur oleh Departemen Tenaga Kerja dan Transmigrasi.

6. CARA UJI

6.1 Penetapan kadar air dalam gas hidrogen.

6.1.1 Dasar.

Air yang terdapat dalam sejumlah volume (2 1/21) contoh dibekukan pada suhu nitrogen cair, kemudian es tersebut diuapkan ke dalam ruang vakum yang diketahui volumenya, dan tekanan yang terjadi diukur dengan sebuah manometer yang diisi minyak. Kadar air ditunjukkan oleh suatu skala yang telah dikalibrasi dalam bentuk tekanan yang terjadi pada manometer minyak.

6.1.2 Alat yang dipergunakan seperti pada gambar terlampir dan terjadi atas:

Kran dua jalan (A).
By-pas bubbler yang berisi minyak (B).
Kran dua jalan (C) ke alat pengukur dan pompa vacuum.
Kran manometer (D).
Tabung Es (E).
Bak nitrogen cair (F).
Manometer kapiler yang berisi minyak (G).
Alat pengukur gas berputar, 2 1/2 liter per putaran (H).

Catatan:
Untuk mendapatkan hasil yang teliti gunakan pompa vakum tinggi tingkat dua yang terpelihara baik yang bisa menghasilkan vakum sekurang-kurangnya 0,001 mm Hg.
Penting diusahakan agar kran diberi grease sebaik mungkin dan usahakan sebaik mungkin dan usahakan jangan sampai grease berlebihan dan memasuki tabung kapiler dan menyebabkan kemacetan.
Grease lunak seperti grease silikan jangan dipergunakan.

Penting:
Kran D harus selalu dibuka bilamana membuka A atau C, kalau tidak minyak dari manometer akan keluar.
Gunakan minyak pompa vacuum tinggi untuk manometer dan by pase bubbler tersebut.

6.1.3 Cara Kerja.

6.1.3.1 Kalibrasi alat.

Untuk menetapkan volume dari tabung es dan manometer minyak, alat dibuat hampa menggunakan pompa. Sambungkan buret gas berskala 0,1 ml dan hubungkan dengan botol perata air ke kran pemasukkan contoh dan catat perubahan permukaan air dalam buret (V_1).
Hitung volum sisi kanan dari manometer minyak dan diameter kapiler yang diketahui dan pengukuran panjang sisi tersebut (V_2).
Menghitung tetapan kalibrasi.
Tetapan kalibrasi untuk alat adalah milimeter minyak yang dipindahkan dalam manometer untuk 2,5 liter gas yang berisi 0,02 g/m^3 air dihitung menurut rumus:

$$\frac{712}{V_1 - V_2} \times \frac{273 + t}{273} \text{ mm minyak}$$

t adalah suhu ruang dalam derajat celsius.

6.1.3.2 Penetapan.

- Yakinkan dahulu bahwa alat bebas dari kebocoran dengan menutup A, membuka D dan menghubungkan C ke pompa vakum dan hampakan selama setengah menit.
- Tutup C, tutup D dan amati minyak dalam manomenter. Seharusnya tidak ada gerakan. Bila minyak turun pada sisi kanan berarti ada kebocoran dalam kran D. Jika minyak turun pada sisi kiri berarti ada kebocoran pada kran A atau C.
- Sambungkan silinder hidrogen yang diuji ke alat pemeriksaan menggunakan pipa kapiler dari tembaga dan katup pengukur.
- Biarkan aliran hidrogen keluar atmosfer melalui by pass bubbler B untuk membersihkan pipa sambungan (kran A ditutup).
- Hampakan kembali alat tersebut dengan A tertutup dan D terbuka, dan dalam setengah menit C ditutup.

- Hilangkan vakum dengan membuka A dan hidrogen tetap keluar melalui by pass bubbler B.
- Dinginkan tabung es E dengan menaikkan bak hidrogen cair ke atas menurut yang dikehendaki.
- Buka kran C ke pengukur gas dan lakukan $2\frac{1}{2}$ liter hidrogen dengan kecepatan tidak lebih dari 75 liter per jam.
- Tutup C dan A setelah 2 1/2 liter hidrogen lewat. Kawat air yang ada dalam gas diikat dalam bentuk es dalam tabung.
- Buka C ke pompa vakum selama setengah menit untuk menghilangkan hidrogen sisa dan kemudian C ditutup.
- Tutup kran manometer D dan bak nitrogen cair F diturunkan.
- Selubungi E dengan baik air pada suhu kamar dan amati manometer minyak.

  Jika terdapat karbon dioksida penambahan tekanan secara tiba-tiba akan terjadi dan terlihat pada manometer minyak (Pembacaan S).

  Penambahan tekanan secara bertingkat akan terjadi selama terbentuk uap air sampai maksimum (3-5 menit).

  (Pembacaan F).

  Untuk pengujian berikutnya mulai pekerjaan dari 3.2.3.

6.1.3.3 Cara menyatakan hasil.

Kadar air dihitung sebagai miligram per meter kubik dengan rumus:

$$\frac{(F - S) \times 0{,}02}{K}$$

Dimana K adalah tetapan kalibrasi (lihat 3.1.)

6.2 Penetapan oksigen, karbondioksida, karbonmonoksida dan kadar nitrogen dalam gas hydrogen.

6.2.1 Dasar

Impuritas utama dalam hidrogen dipekatkan dengan menyerapnya pada silika gel pada suhu nitrogen cair. Kemudian silika gel dilepaskan pada suhu ruang dan impuritas yang timbul dikumpulkan, diukur dan dianalisa unsur-unsurnya menggunakan alat analisa gas.

6.2.2 Alat seperti diagram terlampir, terdiri dari:

- Mercury by-pass bebber (A).
- Drying tube (B) yang berisi magnesium psikhlorat kering.
- Adsorber (C) yang berkapasitas 20 ml dan berisi silika gel.
- Rotary gas meter (D), 2,5 liter per putaran.
- Manometer (E) berisi air raksa.
- Sample bulb (F) kapasitas 500 ml.
- Burrete (volume 300 ml) dan levelling bottle berisi air raksa (G).
- Vacuum pump.

Catatan : Untuk mendapatkan hasil yang cukup teliti agar menggunakan pompa vacuum tinggi-tinggi tingkat dua yang terawat baik yang dapat menghasilkan vokum sampai 0,001 mm Hg.

6.2.3 Cara Kerja.

Hubungkan silinder ke alat penguji menggunakan kran pengatur dan buka kran 1, 2, 3 dan 4. Bersihkan alat dengan melakukan gas melewati pengukur pada kecepatan 60-70 liter per jam selama lima menit.

Pasang jarum pengukur pada nol dan selubungi coil C dengan nitrogen cair dalam sebuah bak Dewar. Lakukan hidrogen pada kecepatan 60-70 liter per jam selama 3-4 jam (200-300 liter). Tutup kran 1, 2, 3 dan 4.

Buka kran 5 dan 7 dan hampakan dengan pompa vacuum. Tutup kran 5 buka kran 3 dan pompa keluar hidrogen dari adsorber dan pipa sambung.

Selesainya penghampaan dapat dilihat pada permukaan air raksa dalam mercury manometer.

Tutup kran 7 dan buka kran 5.

Singkirkan bak Dewar dari nitrogen cair dan biarkan silica gel menjadi lebih panas.

Gas yang dilepaskan masuk ke sample bulb F dan permukaan air raksa daam manometer turun pelan-pelan.

Bila silica gel adsorber mencapai suhu ruang, tekanan manometer akan tetap. Tutup kran 5 dan buka kran 6.

Rendahkan mercury levelling bottle dari buret untuk menarik masuk desorbed gas dari adsorber. Tutup kran 3. Naikkan levelling bottle, buka kran 5 dan lakukan gas tambahan ini ke dalam sample bulb.

Ulangi pekerjaan ini sampai tekanan sisa dalam tabung disilika gel kurang dengan dari 1 mm Hg. Tutupkan kran 6 ukur tekanan gas dalam sample bulb pada suhu ruang dengan manometer. Catat tekanan dan suhu ini.

Gunakan gas yang berada dalam sample bulb ini utnuk penetapan oksigen, karbon dioksida dan karbon manoksida menggunakan levelling botle G untuk memindahkan ke alat Orsat atau ke alat Haldane.

6.2.4 Cara menyatakan hasil.

Misalkan V = adalah volume jumlah dalam liter dari gas yang melalui alat.

P_1 = adalah tekanan barometer dalam mm Hg.

t = adalah suhu ruang dalam derajat celsius.

P_2 = adalah tekanan uap air dalam mm Hg pada t° C.

V_1 = adalah volume yang dikoreksi pada 15°C 760 mm Hg.

$$V_2 = V \times \frac{288}{273 + t} + t \times \frac{P_1 - P_2}{760}$$

Misalkan V = adalah volume dalam liter dari sample bulb
P_3 = adalah tekanan dari contoh dalam sample bulb F dalam mm Hg.
t_1 = adalah suhu dari contoh dalam sample F dalam derajat selsius.
v_1 = adalah volum yang dikoreksi pada 15° dan 760 mm Hg.

$$V_1 = v \times \frac{288}{273 + t} \times \frac{P_3}{760}$$

Misalkan a adalah persen volum oksigen dalam konsentrat
b adalah persen volum karbon dioksida dalam konsentrat
c adalah persen volum karbon monoksida dalam konsentrat
d adalah persen volum hidrogen dalam konsentrat.

Maka kadar oksigen dinyatakan sebagai persen volume $O_2 = A = \frac{a \times v_1}{V_1}$

atau part per million by volume = $\frac{a \times v_1 \times 10^4}{V_1}$

Kadar karbon dioksida dinyatakan sebagai CO_2

part per million by volume = $B = \frac{b \times v_1 \times 10^4}{V_1}$

Kadar karbon monoksida dinyatakan sebagai Co

par per million by volume = $C = \frac{c \times v_1 \times 10^4}{V_1}$

Kadar nitrogen dinyatakan sebagai N_2, persen volume

$$D = \frac{100 - (a + b + c + d)\, v_1}{V_1}$$

Kadar hidrogen dinyatakan sebagai H_2
persen volume = $E = 100 - (A + D + 10^{-4} (B + C)$

6.3 Penetapan kadar air raksa dalam gas Hydrogen.

6.3.1 Dasar.

Air raksa diserap ke dalam larutan kalium permanganat asam dan kelebihan kalium permanganat direduksi dengan hidroksi ammonium khlorida.

Air raksa diekstrak dari larutan menggunakan dithizone dan ditetapkan secara absorptiometris.

6.3.2 Alat dan pereaksi.

6.3.2.1 Alat.

- Photo electric absorptiometer atau spectrophotometer dengan sel 1 cm
- Gas flowmeter.
- Dua buah botol Drechsol kapasitas 250 ml diperlengkapi dengan sinterid disks porosity grade no. 1.

6.3.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus yang pro analisa. Air suling atau air yang setara kemurniannya, semua larutan pereaksi harus disiapkan baru.

- Nitrogen, disaring dan dimurnikan dengan melakukan melalui dua botol Drechsel yang masing-masing berisi larutan kalium permanganat
- Asam sulfat larutan normal.
- Larutan kalium permanganat.
  Larutan 1,58 g kalium permanganat dalam 1000 ml larutan normal asam sulfat.
- Larutan 10 persen (b/v) dalam air.
  Hidroksi ammonium khlorida.
- Larutan Dithizone.
  Larutan 0,0100 g dithizone murni (untuk uji timbal) dalam 100 ml khloroform. Selanjutnya 6 ml dari lauratan ini diencerkan menjadi 100 ml dengan khloroform.
- Larutan standar air raksa.
  Larutan 0,1354 g air raksa khlorida dan encerkan sampai 1000 ml dalam larutan normal asam sulfat. Selanjutnya 10 ml dari larutan ini diencerkan menjadi 1000 ml dengan larutan normal asam sulfat yang sama, 1 ml larutan encer ini mengandung 1 ug (satumikrogram) air raksa.

6.3.3 Cara kerja

Dithizonat sangat peka terhadap sinar ultra violet oleh karenanya dalam laboratorium perlu dilindungi dari sinar matahari langsung dan lampu fluorescent.

6.3.3.1 Penyiapan standar warna.

Ke dalam tujuh gelas piala 250 ml yang masing-masing berisi 20 ml larutan normal asam sulfat, tambahkan sejumlah larutan standar air raksa, yang berisi O sampai 12 mikrogram air raksa (0, 2, 4, 6, 8, 10, 12) dan masing-masing diperlukan sebagai berikut:

Encerkan menjadi 100 ml dengan air dan pindahkan kecorong pemisah 250 ml. Tambahkan 10 ml larutan dithizone dan kocok keras-keras selama satu menit. Ekstrak dithizone disaring dengan kertas saring ke dalam sel gelas 1 cm. Ukur kerapatan optis dari setiap larutan pada panjang gelombang 495 mu dan siapkan grafik kalibrasi.

6.3.3.2 Penetapan.

Tempatkan 20 ml larutan kalium permanganat ke dalam masing-masing botol Drechsel 250 ml yang dihubungkan seri.

Hubungkan botol-botol tersebut ke contoh dan dari botol keluar melalui fluorometer.

Lakukan gas melewati botol dengan kecepatan tidak lebih satu liter permenit sampai kira-kira 25 liter gas berlaku.

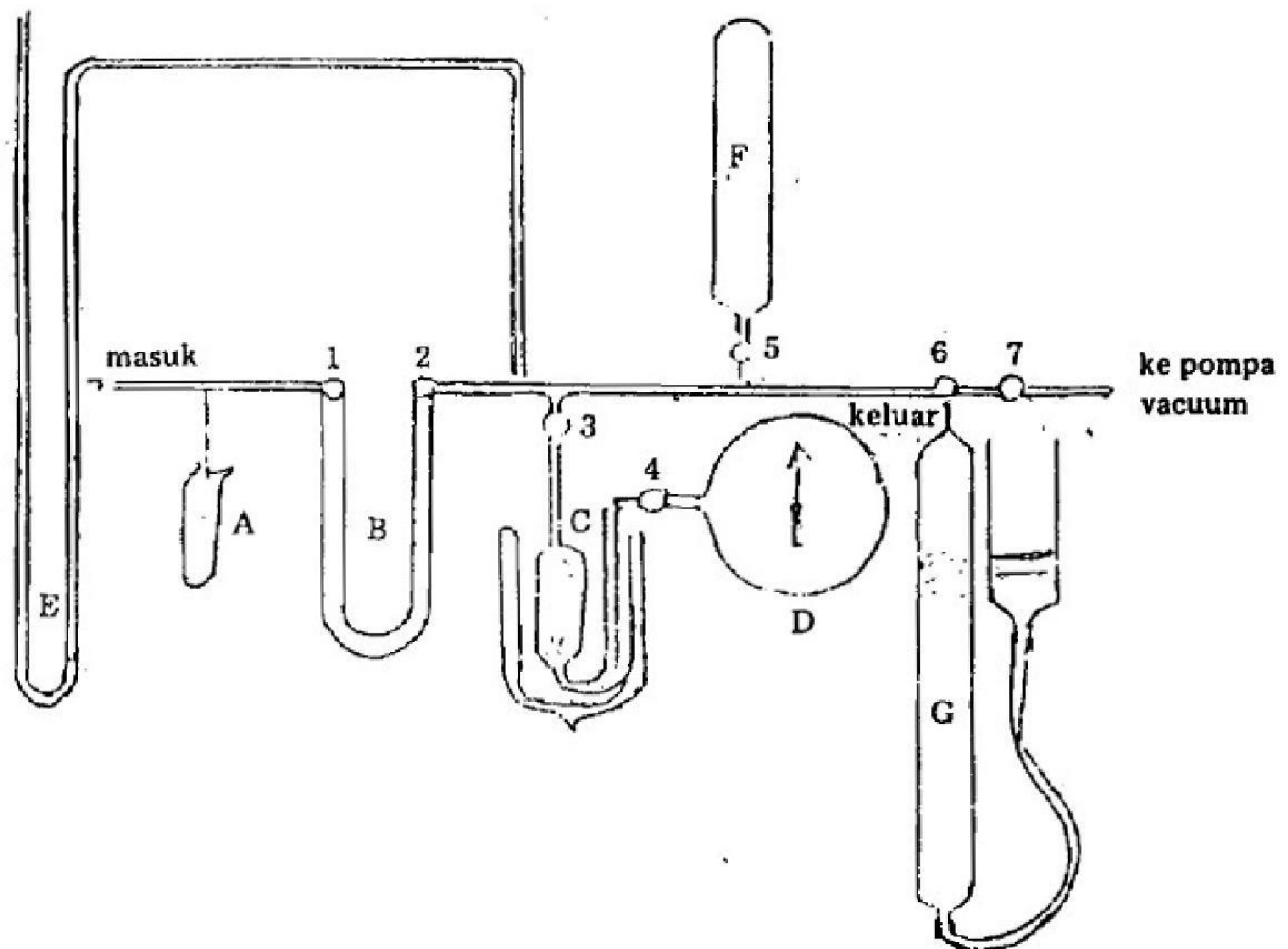
Putuskan hubungan botol dan bersihkan dengan mengalirkan nitrogen murni selama satu menit.

Catatan:
Selang karet jangan dipergunakan untuk menghubungkan antara contoh dan botol karena penyerapan air raksa oleh selang karet memperbesar kesalahan dari hasil yang didapat.
Tambahkan larutan hidroksi ammonium khlorida ke masing-masing botol sampai isinya tak berwarna, tambah kelebihan kira-kira 5 ml. Encerkan menjadi 100 ml dan perlakukan larutan dalam kedua botol masing-masing sebagai berikut:
Pindahkan kecorong pemisah 250 ml dan ekstrak dengan 10 ml larutan Dithizone dengan mengocoknya kuat-kuat selama satu menit. Jika dithizone tersebut berubah menjadi kuning atau orange ulangi ekstraksi tersebut dengan 10 ml lagi.
Gabungkan kedua hasil ekstrak (Hampir semua air raksa akan terkumpul pada botol pertama. Jika bagian terbesar terdapat dalam botol kedua maka penetapan diulangi menggunakan tiga botol).
Pada saat yang sama dikerjakan uji blanko dengan memerlukan 20 ml larutan. Kalium permanganat dengan cara seperti tersebut di atas, menggunakan jumlah dithizone yang sama.
Ukur kerapatan optis dari larutan pada panjang gelombang 495 mu dan baca jumlah air raksa yang ada dari grafik kalibrasi yang telah disiapkan sebelumnya (lihat atas). Jika lebih dari satu ekxstraksi yang dikerjakan kalikan jumlah mikrogram air raksa dengan jumlah ekstraksi.

6.3.4 Cara menyatakan hasil.
Kadar air raksa dinyatakan sebagai Hg miligram per meter kubik didapat dengan rumus:

$$\frac{2,64 \times w \times (273 \times t)}{V \times p}$$

Keterangan

W adalah jumlah berat dalam mikrogram dari air raksa yang ada dalam tiap botol.
t adalah suhu gas pada saat penetapan dalam derajat selsius.
V adalah gas dalam liter.
P adalah tekanan barometer pada saat penetapan dalam milimeter air raksa.

Gambar
Alat untuk menetapkan impurities
dalam Hydrogen